

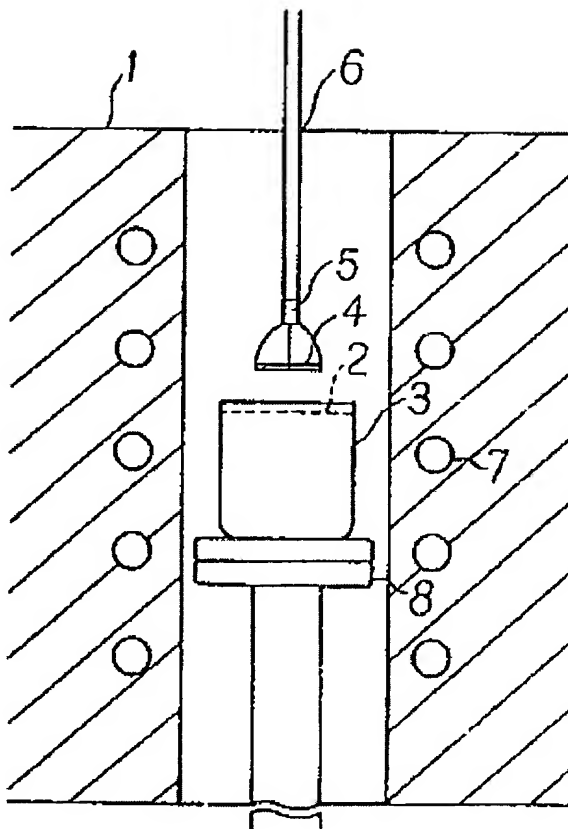
METHOD OF LIQUID-PHASE EPITAXIAL GROWTH

Patent number: JP61261292
Publication date: 1986-11-19
Inventor: ISHIKAWA TAKEMASA
Applicant: TOHOKU METAL IND LTD
Classification:
- international: C30B19/02; C30B19/00; (IPC1-7): C30B19/02
- european:
Application number: JP19850102717 19850516
Priority number(s): JP19850102717 19850516

Report a data error here

Abstract of JP61261292

PURPOSE:To obtain in a short time a single crystal having the aimed film thickness and uniform composition, by dropping a melt temperature in a crucible from a temperature at a growth starting time to grow a single crystal film. **CONSTITUTION:**In crystal growth method wherein the substrate 4 is brought into contact with the melt 2 in the crucible put in the upright furnace 1 and a single crystal film is obtained on the substrate 4 by liquid-phase epitaxial method, the temperature of the melt 2 in the crucible 3 is dropped from a temperature at a growth starting time to prevent damping of growth rate caused by continuing a supercooled state for a long period and to make the growth rate of crystal constant, so that a single crystal film having uniform composition is grown without requiring a long period to grow the aimed film thickness.



Data supplied from the esp@cenet database - Worldwide

⑫ 公開特許公報(A) 昭61-261292

⑪ Int.Cl.⁴
C 30 B 19/02識別記号 庁内整理番号
8518-4G

⑬ 公開 昭和61年(1986)11月19日

審査請求 未請求 発明の数 1 (全4頁)

⑭ 発明の名称 液相エピタキシャル育成法

⑮ 特 願 昭60-102717

⑯ 出 願 昭60(1985)5月16日

⑰ 発 明 者 石 川 武 正 茨城県筑波郡谷田部町大字花島新田字北原28番1 東北金
属工業株式会社内

⑱ 出 願 人 東北金属工業株式会社 宮城県仙台市郡山6丁目7番1号

⑲ 代 理 人 弁理士 芦 田 坦 外2名

明 細 書

1. 発明の名称

液相エピタキシャル育成法

2. 特許請求の範囲

1. 縦型炉の中におかれたるつぼ内の融液に基板を接触させ、液相エピタキシャル法により該基板上に単結晶膜を得る結晶成長法において、るつぼ内の融液の温度を、単結晶膜の成長速度が一定になるように、育成開始時温度から降下させることにより、単結晶膜を成長させることを特徴とする液相エピタキシャル育成法。

3. 発明の詳細な説明

〔産業上の利用分野〕

本発明は、結晶の成長方法に関し、特に、液相エピタキシャル法による結晶の成長に関するものである。

以下余日

〔従来の技術〕

非磁性ガーネット基板上に、液相エピタキシャル(LPE)法により育成した磁性ガーネット液相エピタキシャル膜は、磁気光学素子用として重要である。特開昭57-17919号公報に開示されるごとく、この磁性LPE膜を厚膜化してもバルクのガーネットと同等の性能が得られることにより、従来高価であったバルクの低コスト化が試みられている。磁性ガーネット膜を厚膜化する場合の結晶成長方法は、第2図に示されるように、縦型炉1の中心部に、融液2の入ったるつぼ3がおかれ、白金治具5とアルミナ棒6で保持された非磁性ガーネット基板4をるつぼ上部から挿入し、融液の中に浸すことにより結晶成長が行なわれるようになっている。7はヒータ、8はるつぼ支持台である。

〔発明が解決しようとする問題点〕

この方法によると、るつぼ内で結晶を完全に溶融した後、その液相温度から過冷却状態(結晶の析出可能な温度状態)に融液の温度を降下

該過冷却状態を

させ長時間保持することにより単結晶膜の育成を行なうと、融液中に、自然発生した結晶成分の核が析出する（結晶化する）ことにより融液中に溶け込まれている結晶成分が減少し液相温度が低下する。これにより、液相エピタキシャル法の場合、非磁性ガーネット基板に成長すべき融液中の結晶成分が減少するため、第3図のように、単結晶膜の成長速度が減衰する。このため、ガーネット厚膜などの長時間、過冷却状態を保持することにより育成される単結晶膜においては、目的とする膜厚を得るために、成長速度減衰による膜厚の不足を育成時間を長くすることによって補なわねばならず、育成時間が長期化し生産性が低下する。また、第4図に示されるように、成長速度の変化により単結晶膜の組成が変化するため厚さ方向の組成が一樣にならないという問題があった。

本発明の目的は、液相エピタキシャル法、特に、縦型炉を使いつつば上部から基板を挿入して該基板上に結晶成長を行なう方法において、

では、該結晶成長速度の時間的な変化に比例して、るつぼ内の融液の結晶成長温度を特性12の如く降下させた。このため、長時間過冷却状態を保持することにより発生した成長速度の減衰がなくなり、一定の成長速度が得られる。この条件下で、ガーネット厚膜の育成を行なった。原料は、フラックス系として、 PbO 、 B_2O_3 を用い、ガーネット成分として、 Y_2O_3 、 Gd_2O_3 、 Fe_2O_3 を用いた。基板は $Gd_3Ga_5O_{12}$ の直径1.5インチ、厚さ300 μm のものを使った。結晶成長温度は890 $^{\circ}C$ 、結晶成長速度は0.35 $\mu m/min$ 、雰囲気は、大気中で育成を始めた。 $Gd_3Ga_5O_{12}$ 基板は結晶成長面のみを融液に浸し、180rpmで回転させた。結晶育成中、前記の成長速度減衰に対して、成長速度を一定に保つため0.42 $^{\circ}C/hour$ の割合で融液の温度を降下した。この結果、成長速度の減衰は、ほとんど見られず、目的とする膜厚500 μm が24時間で得られ従来法より6時間短い時間で成長した。また、膜内の組成も均一であった。

目的とする膜厚を育成するのに長期化せず、均一な組成を持つ単結晶膜を得ることができる液相エピタキシャル育成法を提供することにある。

〔問題点を解決するための手段〕

本発明によれば、縦型炉の中におかれたるるつぼ内の融液に基板を接触させ、液相エピタキシャル法により該基板上に単結晶膜を得る結晶成長法において、るつぼ内の融液の温度を、長時間過冷却状態を続けることにより発生する成長速度の減衰を防ぐために、結晶成長速度が一定となるように、育成開始時温度から降下させ、目的とする膜厚を育成するのに長期化せず、均一な組成を持つ単結晶膜を成長させることを特徴とする液相エピタキシャル育成法が得られる。

〔実施例〕

次に実施例について、説明する。

実施例1

第1図に示されるように、長時間過冷却状態を保持する方法による特性11の如き結晶成長速度の時間的な変化に対処するために、本実施例

実施例2

前記条件を用いて、 $Gd_{2.1}Bi_{0.9}Fe_{4.7}Al_{0.03}Ga_{0.25}O_{12}$ 厚膜を育成した。原料はフラックス系として、 PbO 、 B_2O_3 、 Bi_2O_3 を用い、ガーネット成分として Gd_2O_3 、 Fe_2O_3 、 Bi_2O_3 を使った。基板は、 $Nd_3Ga_5O_{12}$ の直径1インチ、厚さ600 μm のものを使った。結晶育成温度は720 $^{\circ}C$ 、結晶成長速度0.15 $\mu m/min$ 、雰囲気は、 N_2 中10 L/min において育成を始めた。 $Nd_3Ga_5O_{12}$ 基板は、結晶成長面のみを融液に浸し80rpmで回転させた。実施例1と同様に、融液の成長速度減衰に対して成長速度を一定に保つため0.3 $^{\circ}C/min$ の割合で融液の温度を降下した。この結果、成長速度の減衰は、ほとんど見られず、目的とする膜厚200 μm が、22時間で得られ従来法より5時間短い時間で成長した。また、膜内の組成も均一であった。

〔発明の効果〕

以上、説明したごとく本発明によれば、液相エピタキシャル法、特に、縦型炉の中に融液の入ったるつぼを置き、基板をるつぼ上部から徐

徐に挿入し結晶成長する方法において、るつぼ内の融液の温度を、単結晶膜の成長速度が一定となるように、育成開始時温度から降下させることにより、単結晶膜を成長させることにより、目的の単結晶膜厚が従来法よりも短い時間で得られかつ、単結晶膜内の組成が均一なものが得られる。

の減衰を示す図である。

1はLPE炉(縦型炉)本体、2は融液、3はるつぼ、4はガーネット基板、5は白金治具、6はアルミナ棒、7はヒータ、8はるつぼ支持台。

代理人(7783) 弁理士 池田 憲保

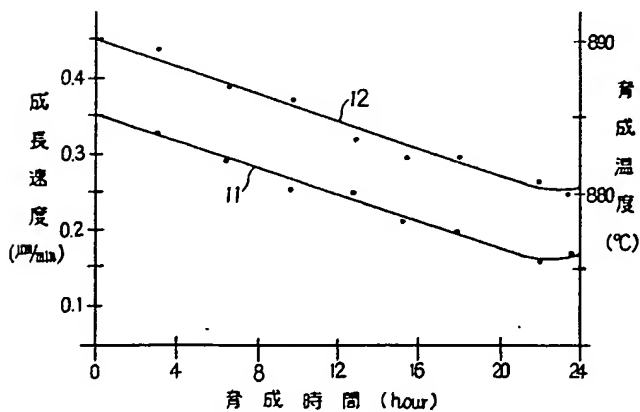


4. 図面の簡単な説明

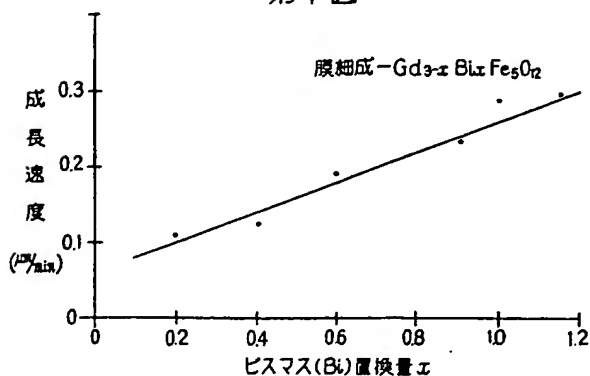
第1図は本発明を説明するための図で、時間変化による成長速度の減衰を示す特性11と、その減衰をなくすためにそれに比例して降下させた融液温度の特性12を示した図である。

第2図は、LPE炉(縦型炉)の構造を示す図、第3図は従来の液相エピタキシャル育成法を説明するための図で、成長速度の変化によりビスマスの置換量に変化し、ガーネット成分の組成を変化させていることを示す図である。

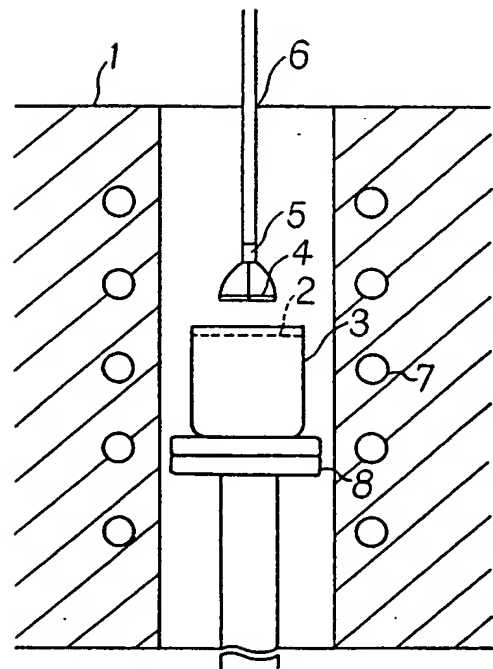
第4図は従来の液相エピタキシャル育成法を説明するための図で、時間変化により成長速度



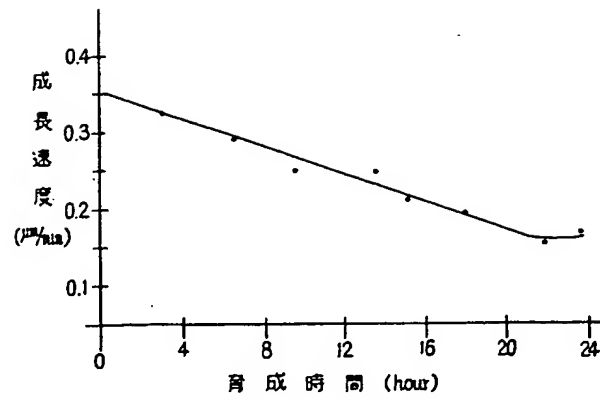
第1図



第4図



第2図



第3図